



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

**PROGRAMA INSTITUCIONAL DE BOLSAS DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA – PIBIC**

**Desenvolvimento de fibras e géis inovadores para dosimetria 2D e 3D da  
radiação  
Desenvolvimento cristais luminescentes para dosimetria com filmes**

Área do conhecimento: Física  
Subárea do conhecimento: Propriedades ótica e espectroscopia da matéria  
condensada; Interação da radiação com a matéria  
Especialidade do conhecimento: Desenvolvimento de Cristais Luminescentes para  
Dosimetria com Filmes

Relatório Final  
Período da bolsa: de (01/08/2018) a (31/07/2019)

Este projeto é desenvolvido como bolsista voluntário de iniciação científica

**PIBIC**

Orientador: Susana de Souza Lalic  
Autor: Davi Silveira Azevedo



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

## **SUMÁRIO**

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>3</b>
<b>2. OBJETIVOS.....</b>	<b>4</b>
1. Objetivos específicos.....	4
<b>3. METODOLOGIA OU DESCRIÇÃO TÉCNICA.....</b>	<b>5</b>
1. Preparo do MgB <sub>4</sub> O <sub>7</sub> :Ce,Li.....	5
2. Separação de Grãos.....	8
3. Mistura do MgB <sub>4</sub> O <sub>7</sub> :Ce,Li aos solventes.....	9
4. Difração de raios X (DRX).....	10
5. Produção e Sinterização de Pastilhas.....	11
6. Irradiação com Fonte $\beta$ .....	14
7. Luminescência Opticamente Estimulada (OSL).....	15
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>17</b>
1. Análise DRX.....	17
2. Análise OSL.....	20
<b>5. CONCLUSÕES.....</b>	<b>24</b>
<b>6. PERSPECTIVAS DE FUTUROS TRABALHOS.....</b>	<b>25</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>25</b>
<b>8. OUTRAS ATIVIDADES.....</b>	<b>26</b>



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

## **Resumo**

Existe um número limitado de dosímetros OSL (Luminescência Opticamente Estimulada) no mercado. Mesmo os que já existem não possuem todas as qualidades desejáveis para as diversas aplicações. Existe um interesse clínico em detectar doses de entrada na pele do paciente, mas atualmente não existe um dosímetro que possa medir a dose com precisão nas superfícies irregulares. A ideia deste trabalho é utilizar os cristais emissores de OSL em filmes impermeáveis e flexíveis de PVC como alternativa para detecção de doses de entrada na pele. Com esses filmes carregados com cristais de  $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$  seria possível realizar dosimetria 2D em pacientes. Neste plano de trabalho foi verificado que o cristal de  $\text{MgB}_4\text{O}_7$ , quando dopado com cério e lítio, apresenta emissão OSL intensa. Além disto, sua emissão possui a qualidade de ser linear com a dose absorvida. Alguns parâmetros de produção desses cristais e sinterização de pastilhas foram variados a fim de obter a melhor rota de síntese para a finalidade desejada, com isso conseguimos obter informações acerca da melhor granulometria, temperatura de sinterização e solvente (necessário para produção dos filmes).

## **1. INTRODUÇÃO**

Terapia por captura de nêutrons com boro (BNCT) é uma técnica experimental usada para tratar o melanoma. O composto de boro é seletivamente concentrado em uma massa tumoral e, em seguida, exposto a um fluxo de nêutrons. O tratamento alivia as células normais porque a maior dose de radiação é entregue ao tumor em relação ao tecido normal adjacente após a reação nuclear causada por nêutrons térmicos em núcleos B-10 absorvidos pelo tumor.

Esses nêutrons térmicos são produzidos principalmente pela interação do fluxo de nêutrons com o corpo do paciente e são chamados de nêutrons albedo. Não é fácil medir a dose correta administrada pelos nêutrons à superfície do corpo porque o volume do paciente pode ser muito diferente e fornecer uma quantidade diferente de albedo. Por esta razão, nosso grupo na UFS tem procurado o desenvolvimento de filmes de polímeros extremamente finos e flexíveis carregados com materiais luminescentes sensíveis a nêutrons. Os filmes dosimétricos podem ser moldados na forma da área a ser tratada e medir a dose de nêutrons albedo na superfície.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**  
**PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

Souza *et al.* (2017b) investigaram filmes flexíveis com cristais de  $\text{CaF}_2\text{:Ce}$ , emissores OSL, imersos em uma matriz polimérica de PVC, sendo constatado que estes dosímetros apresentam características promissoras para aplicações em dosimetria in vivo e dosimetria 2D.

Em particular, nesse trabalho está sendo investigado desenvolvimento de filmes dosimétricos, flexíveis e impermeáveis, com uma matriz polimérica de cloreto de polivinila (PVC) carregada com micro cristais  $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$ . Já foi provado em trabalhos anteriores que estes cristais são emissores de luminescência opticamente estimulada, com um sinal proporcional à dose de radiação recebida e podem ser produzidos por síntese em estado sólido Souza *et al.* (2017a).

Desta forma, esse plano de trabalho teve por objetivo produzir os cristais luminescentes que serão usados nesses filmes e que podem contribuir significativamente para a dosimetria de nêutrons na BNCT. Em especial, tivemos por objetivo obter informações sobre como se comportam os cristais em função do tamanho de grãos e na forma de pastilhas sinterizadas com diferentes temperaturas.

## **2. OBJETIVOS**

O objetivo geral desse projeto é desenvolver cristais com emissão de luminescência opticamente estimulada (OSL) para produção de filmes poliméricos impermeáveis e flexíveis, elaborados para produção de tecidos para produção de imagens 2D em dosimetria OSL. Pretende-se aplicar os cristais desenvolvidos nesse plano de trabalho que tenham melhor eficiência luminescente e dose-resposta em dispositivos (como filmes e géis) dos mais variados para produção de imagens médicas em 2D e 3D, bem como para dosimetria em proteção radiológica.

### **2.1 Objetivos específicos**

- Produzir materiais com alto rendimento OSL para diferentes tipos e doses de radiação;
- Determinar a luminescência dos cristais com diferentes granulometrias;
- Determinar a luminescência dos cristais após a ação de diferentes solventes para fabricação de filmes poliméricos;
- Em divulgação científica, pretende-se sensibilizar a comunidade em geral para a necessidade do uso da energia nuclear para fins pacíficos, como em medicina, indústria e geração de energia.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

### **3. METODOLOGIA OU DESCRIÇÃO TÉCNICA**

#### **3.1. Preparo do $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$**

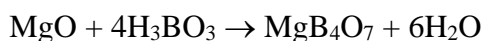
O método adotado para a produção de cristais foi a síntese do estado sólido. Essa síntese consiste em homogeneizar todos os reagentes em proporções estequiométricas, e passar a amostra resultante por um tratamento térmico a elevadas temperaturas, acima do ponto de fusão dos reagentes.

Para o preparo do tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio foram utilizados os seguintes reagentes.

**Tabela 1:** Reagentes utilizados na produção do  $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$ .

Reagente	Marca	Pureza
Óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ )	Sigma-Aldrich	98%
Ácido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )	Sigma-Aldrich	99%
Carbonato de cério ( $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3$ )	Sigma-Aldrich	99%
Óxido de cério ( $\text{CeO}_2$ )	Sigma-Aldrich	99%
Carbonato de lítio ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ )	NEON	98%

Foram feitas amostras de  $\text{MgB}_4\text{O}_7$  seguindo a proporção estequiométrica:



Para a dopagem, feita de acordo com o peso total das amostras, utilizou-se 2 tipos de reagentes diferentes para introdução do cério. Um tipo de dopagem da amostra foi feito utilizando carbonato de cério e, no outro tipo, utilizando óxido de cério. Além da dopagem com cério (na forma de carbonato e óxido), foi feita a co-dopagem com lítio, utilizando carbonato de lítio. Em um lote foram utilizados 0,5% de cério e 0,1% de lítio. No segundo lote foram utilizados 0,5% de cério (apenas na forma de óxido) e 0,5% de lítio. Não foi utilizado carbonato de cério no segundo lote devido a indisponibilidade do reagente no laboratório.

Os reagentes foram pesados separadamente com uso de uma balança analítica [Figura 1 (A)] e depois homogeneizados com auxílio do pistilo em almofariz de ágata [Figura 2 (A)] durante 10 min. Após essa



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**  
**PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

etapa, o pó resultante foi colocado em um béquer para agitação magnética [Figura 2 (B)], e aquecido por 1 h à 100 °C, a fim de reduzir a umidade. Depois dessa etapa, o pó foi novamente homogeneizado com auxílio do pistilo em almofariz de ágata. O pó resultante foi depositado em um cadinho de alumina [Figura 3 (A)] e aquecido no forno à 900 °C por 7 h para a calcinação [Figura 3 (B)].

**Tabela 2:** Amostras de  $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce}$ , Li produzidas por síntese do estado sólido.

AMOSTRA	DOPAGEM (%)	CODOPAGEM (%)
1	0,5% (com óxido de cério)	0,1%
2	0,5% (com carbonato de cério)	0,1%
3	0,5% (com óxido de cério)	0,5%



(A)

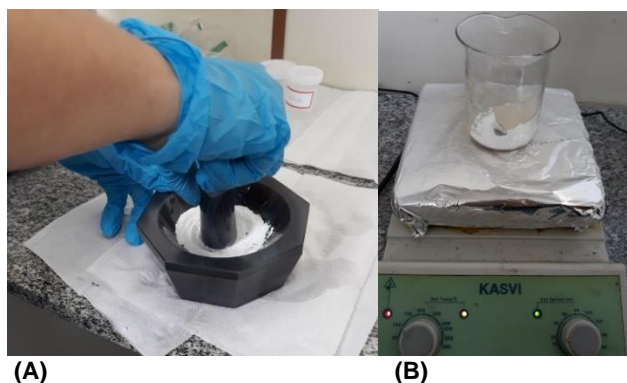


(B)

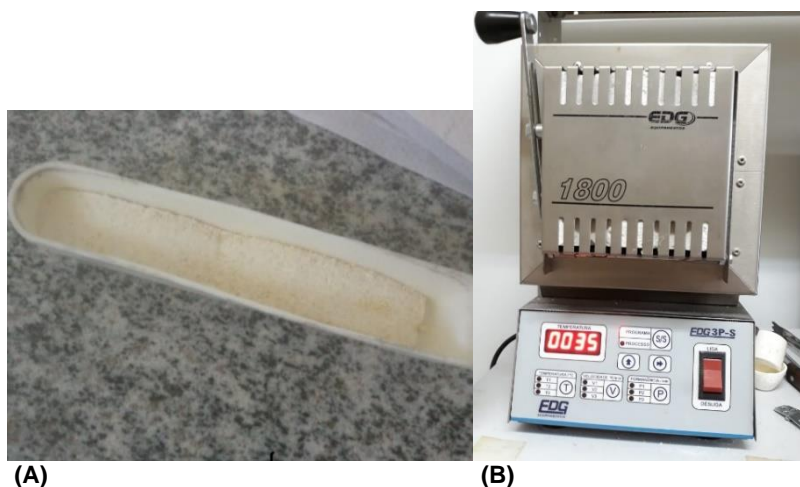
**Figura 1:** (A) Balança analítica disponível no Laboratório de Física Médica (LFM) para medir a massa dos reagentes separadamente (B).



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**



**Figura 2:** (A) Processo de homogeneização com auxílio do pistilo em almofariz de ágata e (B) processo de secagem da amostra utilizando agitador magnético.



**Figura 3:** (A) Cadinho de alumina utilizado para depositar as amostras e (B) Forno EDG-1800, pertencente ao LFM, utilizado para calcinação do  $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$ .

### 3.2. Separação de grãos

Após a calcinação, o composto foi macerado com auxílio do pistilo em almofariz de ágata. O pó resultante foi peneirado com peneiras de  $45\ \mu\text{m}$  (375 mesh) e  $75\ \mu\text{m}$  (200 mesh) para seleção dos grãos, por cerca de 1 hora. A amostra que ainda ficava depositada na peneira era novamente macerada para ser peneirada. O processo todo foi feito de 3 a 4 vezes a fim



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

de obter o máximo de grãos possível. Foram separadas amostras com grãos menores que  $45\ \mu\text{m}$  e entre  $45\ \mu\text{m}$  e  $75\ \mu\text{m}$ .



**Figura 4:** Uma das peneiras utilizadas para separação de grãos menores que  $45\ \mu\text{m}$ .

### 3.3. Adição do $\text{MgB}_4\text{O}_7$ aos solventes

Para a preparação de filmes dosimétricos de PVC, é preciso dissolver os pedaços de PVC em solventes específicos para este polímero e juntar o líquido resultante com os cristais luminescentes. Para conhecer os efeitos que podem ter sobre os cristais, as amostras peneiradas foram imersas nesses solventes. Dois diferentes tipos de solventes, o tetraidrofurano (THF) e diclorometano, foram testados de acordo com a disponibilidade de reagentes do laboratório. Ambos eram adequados para dissolver o PVC.

**Tabela 3:** Solventes utilizados de acordo com disponibilidade do laboratório

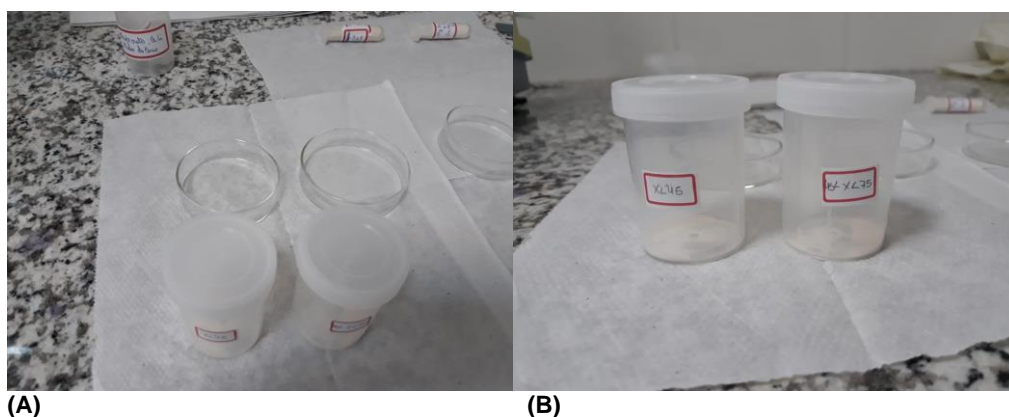
SOLVENTE	FABRICANTE	PUREZA
Diclorometano ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ )	ISOFAR	99,5%
Tetraidrofurano ( $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$ )	Sigma-Aldrich	99%





**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

Foram medidos 400 mg de amostra de cristais para cada 4 g de solvente. As amostras cristalinas foram depositadas em placas de Petri [Figura 5] junto com cada um dos solventes, e a solução foi mantida sob agitação com barra magnética durante 3 h, até a completa evaporação do solvente.



**Figura 5:** (A) Placas de Petri usadas e (B)  $\text{MgB}_4\text{O}_7$  após evaporação do solvente separado por tamanho de grão.

### 3.4. Difração de Raios X

As medidas de difração de raios X (DRX) foram feitas no Laboratório de Difractometria de Raios X, localizado no Núcleo de Competência em Petróleo e Gás (NUPEG-UFS). O difratômetro utilizado é o Bruker D8 Advance [Figura (6)].



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**



**Figura 6:** Difratômetro Bruker D8 Advance, disponível no Núcleo de Competência em Petróleo e Gás (NUPEG-UFS).

O difratômetro foi operado no modo de varredura contínua com intervalo de  $10^\circ$  a  $60^\circ$ , com passos de  $0,02^\circ$ . De acordo com a literatura (SANTOS, 2018), o intervalo em que todos os picos de absorção do  $\text{MgB}_4\text{O}_7$  surgem está entre  $10^\circ$  e  $60^\circ$ , por isso a escolha deste intervalo de interesse.

Os espectros de DRX foram obtidos com o cristal antes da adição dos solventes. Devido ao não funcionamento do equipamento por um longo período, até o momento, não foi possível obter os espectros de DRX das amostras após a adição dos solventes. Esses espectros são necessários para verificar se a estrutura cristalina não foi alterada pela ação dos solventes.

### **3.5. Produção e sinterização das pastilhas com amostras de $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$ .**

Apesar desse estudo se concentrar no uso de cristais que serão incorporados em filmes dosimétricos, é bastante interessante o uso dos cristais em dosimetria na forma de pastilhas dosimétricas. Como surgiu um



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**  
**PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

interesse de um parceiro comercial no uso de pastilhas produzidas pelo nosso grupo, decidiu-se avaliar a melhor maneira de produzir pastilhas dosimétricas com nossas amostras.

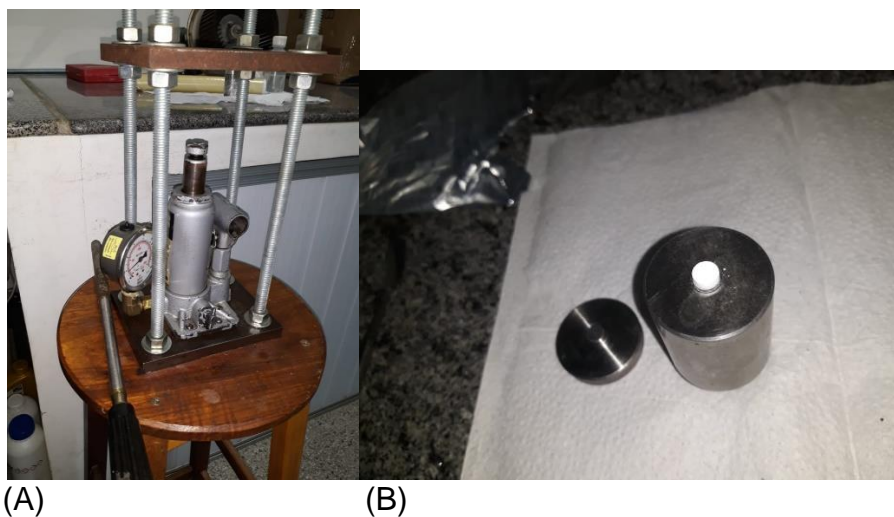
Para serem utilizadas em dosimetria, geralmente as amostras passam por um processo de sinterização com o objetivo de melhorar a resistência mecânica e eliminar os poros da pastilha. Segundo SANTOS (2018), amostras do  $MgB_4O_7$  com dopagem e co-dopagem de 0,5% de cério e 0,5% de lítio são as concentrações que apresentam melhor resultado OSL. Por isso, as amostras produzidas com essa dopagem foram escolhidas para produção e sinterização de pastilhas para testes dosimétricos nesse trabalho.

A quantidade da amostra necessária para produzir cada pastilha foi pesada em uma balança analítica. Em seguida, a amostra pesada foi transferida para o pastilhador. O pastilhador foi posicionado em uma prensa hidráulica [Figura (7)] e foi aplicada sobre ele uma pressão de 100 kgf/cm<sup>2</sup> ou 1422,3 psi durante 10 segundos. Cada pastilha produzida tinha 1 mm de diâmetro e massa de 10 mg. Foram feitas 10 pastilhas utilizando amostras de  $MgB_4O_7:Ce_{0,5\%},Li_{0,5\%}$  com grãos menores que 45  $\mu m$  e 10 pastilhas com grãos entre 45 e 75  $\mu m$ .

Com as pastilhas prontas, foi realizado o processo de sinterização. Essa sinterização corresponde a aquecer a pastilha produzida em temperatura suficiente que garanta que os grãos fiquem mais agregados, com melhor resistência mecânica. A temperatura ideal pode variar com o tipo de cristal, bem como com o tamanho do grão utilizado. Assim, foram testadas temperaturas diferentes a fim de determinar o melhor processo. As pastilhas foram divididas em 2 grupos, cada grupo com 10 pastilhas, sendo 5 com grãos menores que 45  $\mu m$  e 5 com grãos entre 45 e 75  $\mu m$ . O primeiro grupo foi submetido a uma temperatura de 900 °C por 1 hora e o segundo grupo foi submetido a uma temperatura de 600 °C por 1 hora. Em ambos os grupos, a taxa de aquecimento e resfriamento foi de 10 °C por minuto.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**



**Figura 7:** (A) Prensa hidráulica e (B) pastilha feita com o pastilhador de 1 mm.



**Figura 8:** Pastilhas após a sinterização.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

### 3.6. Irradiação com Fonte de Radiação Beta ( $\beta$ )

Para a irradiação das pastilhas foi utilizada uma fonte de radiação  $\beta$  de  $^{90}\text{Sr}$ - $^{90}\text{Y}$  (taxa de dose de 362 mGy/min) disponível no Laboratório de Física Médica – LFM.

Uma das 10 pastilhas que foi sinterizada a 900 °C grudou na base e foi inutilizada. As demais não grudaram, porém, durante o manuseio do forno, algumas pastilhas saíram de sua posição, impedindo a identificação exata de cada pastilha de acordo com sua granulometria. A consequência disto é que não foi possível ainda analisar qual a melhor granulometria para a temperatura de sinterização de 900 °C. Mesmo assim, foram feitas as irradiações destas pastilhas por 5 min para verificar seu comportamento nas curvas de emissão OSL. Como um dos grupos ficou com apenas 4 pastilhas, foi padronizado o uso de 4 medidas para todos os grupos. As 12 pastilhas que foram irradiadas foram separadas nos 4 grupos conforme mostra a figura [9].

**Tabela 4:** Separação das pastilhas por temperatura de sinterização e granulometria.

Grupos de pastilhas	Temperatura de Sinterização (°C)	Granulometria ( $\mu\text{m}$ )
1	600	$45 < x < 75$
2	900	?
3	600	$x < 45$
4	900	?

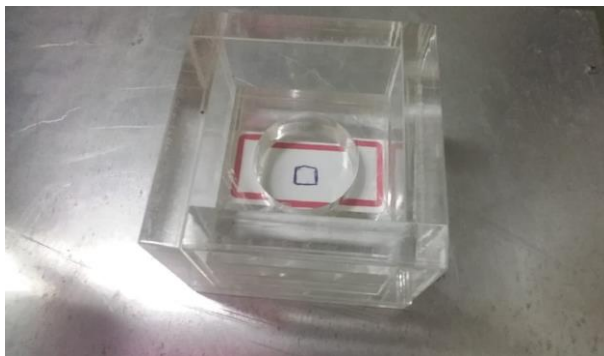


**Figura 9:** Pastilhas separadas por diferentes granulometrias e temperaturas de sinterização.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

Para a exposição à radiação, cada pastilha foi posicionada em um suporte de vidro [Figura (10)], com a base marcada para que a posição das pastilhas no suporte não variasse. Isto poderia causar diferença de exposição. Sobre a pastilha foi colocado um plástico filme que servia tanto para fixar a pastilha, impedindo que ela saísse de sua marcação, quanto para construir uma capa de *build-up*, garantindo que a deposição de dose na pastilha fosse máxima.



**Figura 10:** Suporte para irradiação das pastilhas

### **3.7. Luminescência Opticamente Estimada (OSL)**

Para fazer as medidas de luminescência opticamente estimulada foi utilizada uma leitora OSL disponível no Laboratório de Física Médica – LFM da Universidade Federal de Sergipe, modelo DOIN-L003 [Figura (11)]. A leitora possui um LED azul para estímulos ópticos. Seu sistema de captação conta com um tubo fotomultiplicador que capta a luz emitida pela amostra, converte em um sinal elétrico e o amplifica.





**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**



**Figura 11:** Leitora OSL modelo DOIN-L003 disponível na Universidade Federal de Sergipe.

Como foi usada uma fonte beta para a irradiação, a superfície voltada para a fonte radiativa pode ter recebido dose diferente da superfície voltada para o lado contrário. Assim, cada pastilha foi marcada com um lápis para que o lado que tivesse exposição direta para a fonte fosse o mesmo lado que ficasse virado para o tubo fotomultiplicador da leitora OSL.

Cada grupo continha 4 pastilhas. A primeira medida sempre correspondeu ao “branco”, ou seja, foi realizada uma leitura de uma pastilha de cada grupo sem que a mesma tivesse sido exposta à radiação, com isto adquiriu-se a leitura de fundo, ou “branco”. Após medir o branco do grupo de amostras, foram realizadas medidas das demais amostras irradiadas do mesmo grupo usando parâmetros de 5000 pontos e tempo de leitura de 50 segundos.

Para a obtenção das curvas de dose-resposta da emissão OSL, foram separadas 4 pastilhas de cada um dos dois grupos (grãos menores 45  $\mu\text{m}$  e entre 45 e 75  $\mu\text{m}$ ) das pastilhas sinterizadas em 600 °C. Antes de irradiar as amostras, cada pastilha passou por um processo de “zeragem” de seu



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

sinal óptico. Nesse processo, as pastilhas foram expostas a uma luz azul de alta intensidade, com o objetivo de eliminar qualquer sinal OSL que ainda estivesse presente, e que não seria proveniente das irradiações futuras. Após este procedimento as pastilhas foram irradiadas por diferentes tempos de exposição (5, 10, 15 e 20 minutos) e a cada um suas curvas de emissão OSL foram obtidas, com o processo se repetindo para o novo ciclo.

#### **4. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

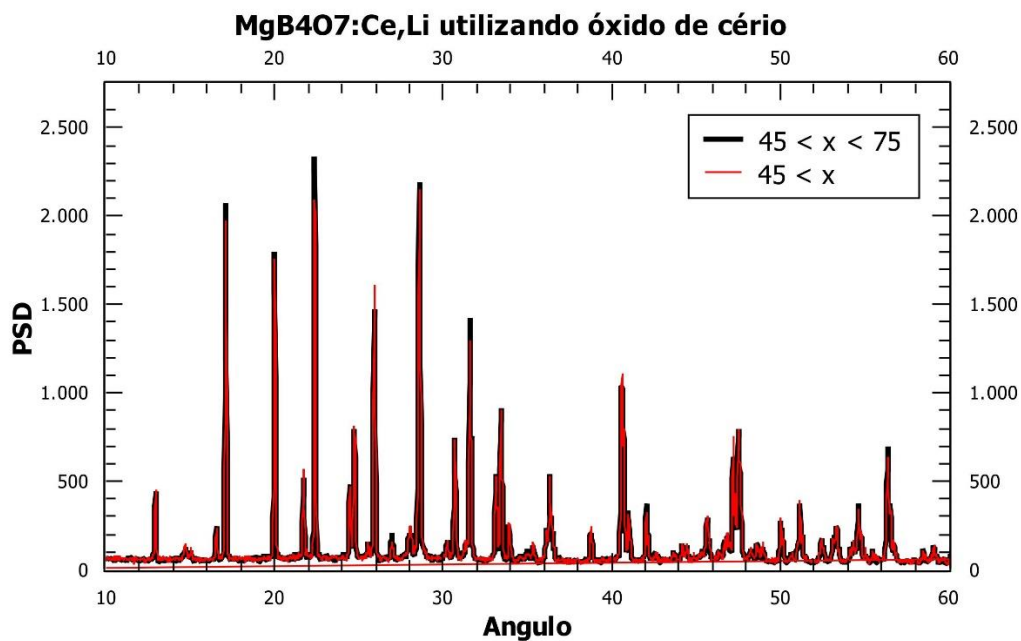
##### **4.1. Análise de difração de raios X (DRX)**

Os espectros de DRX das amostras produzidas com óxido de cério e carbonato de cério são mostrados nas figuras [12] e [13], respectivamente. Como se vê, a síntese do estado sólido dos reagentes utilizados produziu um material que é cristalino. O espectro de DRX revelou que as fases das amostras coincidem com aqueles apresentados na ficha cristalográfica do borato de magnésio (ICSD 34397). Mas também houve a presença de fases do ácido bórico (ICSD 24711), indicando que o ácido bórico não reagiu completamente. A diferença de granulometria não afetou a posição dos picos em nenhuma das amostras, apenas na intensidade dos mesmos, como era esperado.

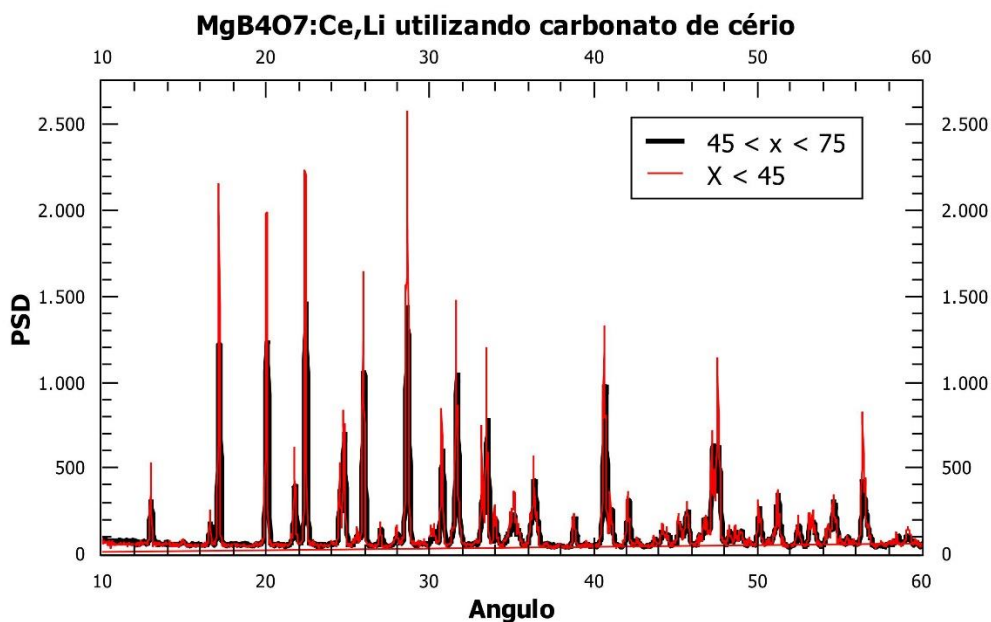




SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA



**Figura 12:** Espectro de difração de raios X das amostras de MgB<sub>4</sub>O<sub>7</sub>:Ce,Li utilizando óxido de cério para granulometria de  $x < 45 \mu\text{m}$  e  $45 < x < 75 \mu\text{m}$ .

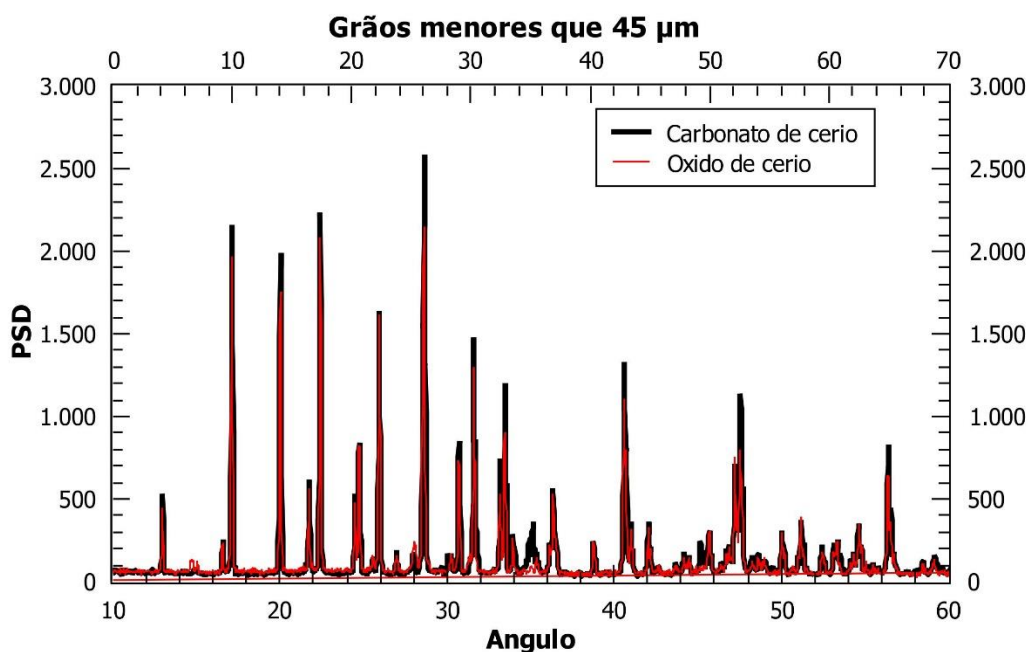


**Figura 13:** Espectro de difração de raios X das amostras de MgB<sub>4</sub>O<sub>7</sub>:Ce,Li utilizando carbonato de cério para granulometria de  $x < 45 \mu\text{m}$  e  $45 < x < 75 \mu\text{m}$ .



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**  
**PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

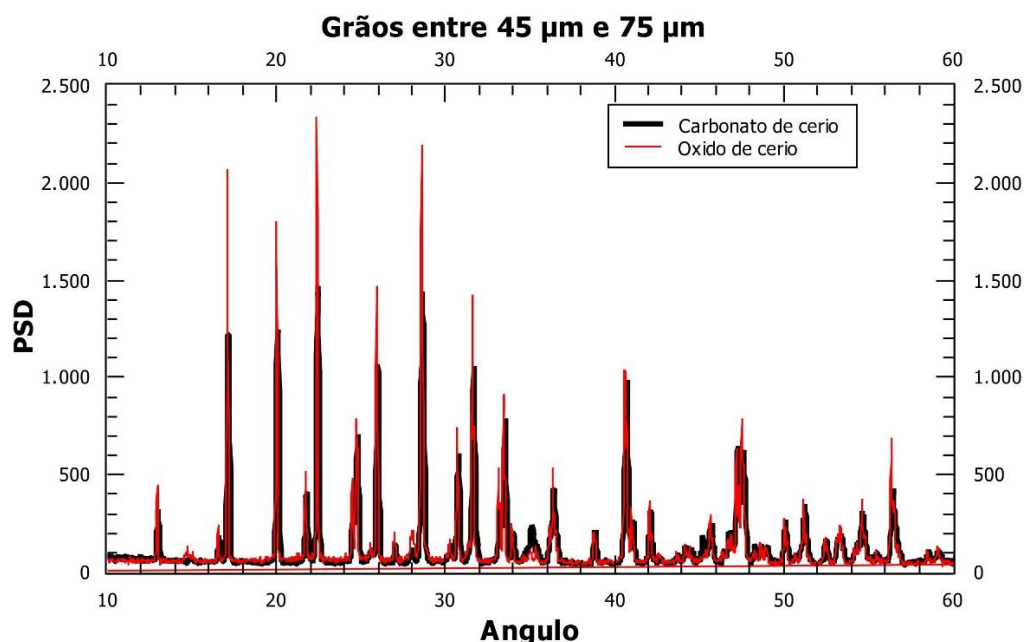
As figuras [14] e [15] mostram os espectros de DRX das amostras dopadas com carbonato de cério e com óxido de cério. Comparando ambos, pode-se constatar que as posições dos picos não foram alteradas pelo uso do reagente diferente para a dopagem. Isso mostra que os dopantes de ambos os reagentes não afetam a estrutura do cristal desejado e a síntese produz, em ambos os casos, o mesmo tipo de cristal de  $\text{MgB}_4\text{O}_7$ . Este resultado mostra que há possibilidade de substituir o reagente óxido de cério pelo carbonato de cério, que é mais barato.



**Figura 14:** Espectro de difração de raios X das amostras de  $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$  utilizando carbonato de cério e óxido de cério para granulometria de  $x < 45 \mu\text{m}$ .



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA



**Figura 15:** Espectro de difração de raios X das amostras de  $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$  utilizando carbonato de cério e óxido de cério para granulometria de  $45 < x < 75 \mu\text{m}$ .

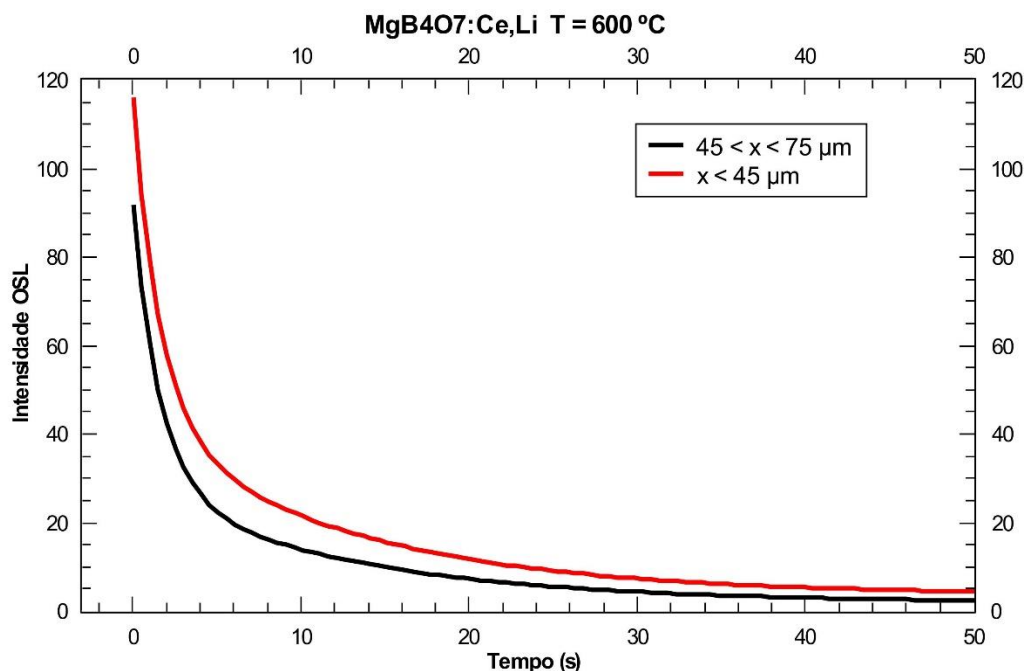
Para produzir os filmes de PVC é necessário adicionar solvente à mistura de PVC + cristais. Por isso, foi feito o teste colocando os cristais misturados com os solventes tetraidrofurano (THF) e diclorometano. A ação dos solventes pode alterar a estrutura cristalina, modificando suas características. Para verificar se houve mudança estrutural seria necessário comparar os espectros de absorção de raios X da amostra dissolvida com o espectro da amostra não dissolvida. Esta análise não foi feita devido à falta de disponibilidade do difratômetro.

#### 4.2. Análise das curvas de emissão OSL

Foram realizadas medidas de luminescência opticamente estimulada com as amostras sinterizadas à temperatura de 600 °C, com grãos de 45  $\mu\text{m}$  e entre 45 e 75  $\mu\text{m}$  irradiadas por 5 minutos (1,81 Gy) com a fonte  $\beta$ , [Figura(16)].



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA



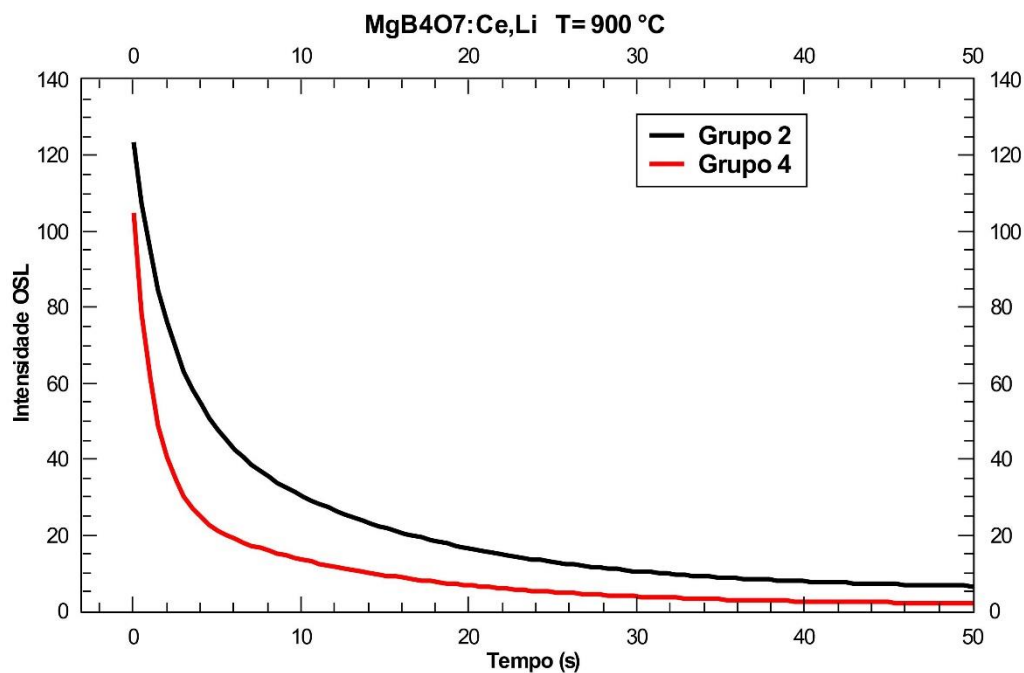
**Figura 16:** Curvas de emissão OSL das pastilhas sinterizadas em 600 °C e irradiadas por 5 min em fonte  $\beta$ , com granulometria de 45  $\mu$ m e entre 45 e 75  $\mu$ m.

As curvas de emissão [Figura (17)] têm um comportamento de decaimento exponencial, confirmando que as amostras apresentam emissão de luz ao serem fotoestimuladas por um LED azul após serem irradiadas. O grupo de pastilhas feitas com grãos menores de 45  $\mu$ m mostrou maior intensidade OSL, de cerca de 19% maior que a resposta OSL das pastilhas com grãos entre 45 e 75  $\mu$ m. Esse comportamento pode ser atribuído a menor espessura de amostra que a luz deve atravessar ao sair dos cristais e chegar à superfície. Entretanto, ainda são necessárias análises do MgB<sub>4</sub>O<sub>7</sub>:Ce,Li com adição dos solventes para definir qual o tamanho de grão é o mais indicado para a produção dos filmes. Apesar dos grãos menores que 45  $\mu$ m terem resposta OSL mais intensa, também possuem maior superfície de contato para reagir com os solventes, o que pode afetar mais as suas características se comparado com grãos maiores.

Apesar de não ser possível identificar quais pastilhas possuem grãos menores 45  $\mu$ m e entre 45 e 75  $\mu$ m do grupo sinterizado em 900 °C (devido a mistura das amostras durante a sinterização), ainda podemos observar que houve emissão OSL [Figura (17)] com 2 grupos distintos, possivelmente pela diferença no tamanho dos grãos. Essa medida deve ser repetida para confirmar o tamanho de grão das amostras.



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA

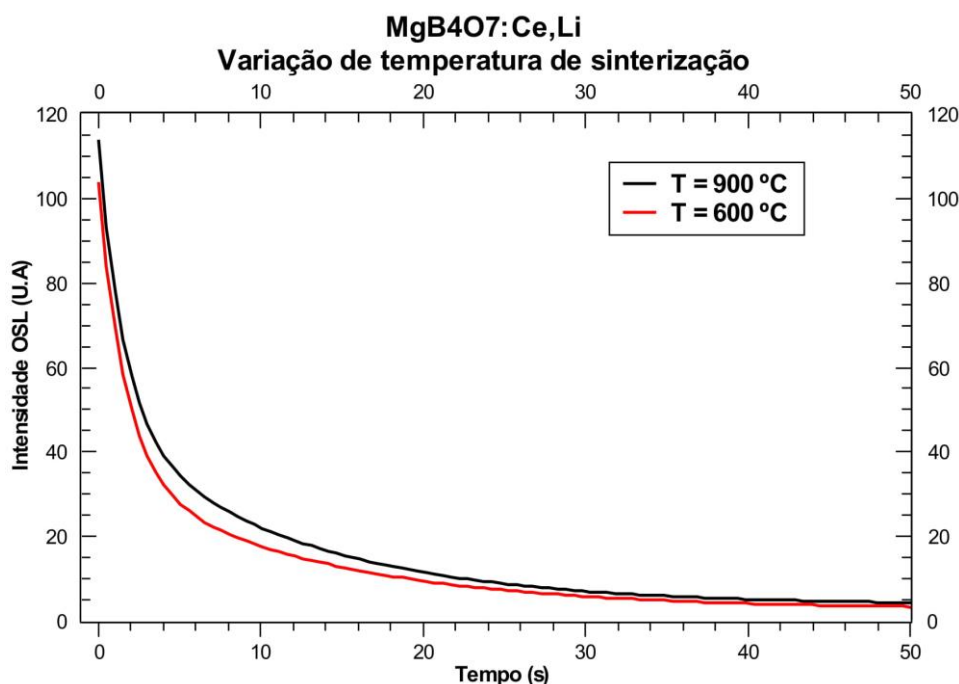


**Figura 17:** Curvas de emissão OSL das pastilhas sinterizadas em 900 °C e irradiadas por 5 min em fonte  $\beta$ .

Para obter a melhor temperatura de sinterização comparamos as emissões OSL dos grupos sinterizados a 600 °C com as dos grupos sinterizados a 900 °C [Figura (18)].



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA



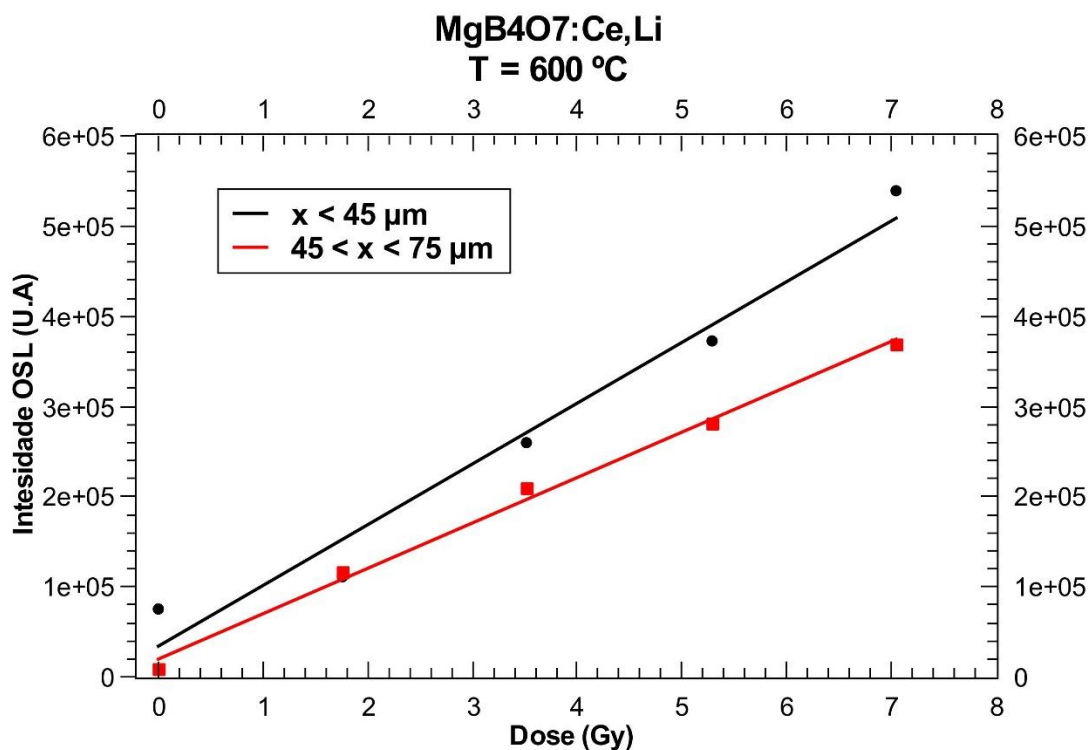
**Figura 18:** Curvas de emissão OSL das pastilhas sinterizadas em 900 e 600 °C, irradiadas por 5 min em fonte  $\beta$ .

Nota-se que as pastilhas sinterizadas a temperatura de 900 °C tiveram uma melhoria de 14,9% em emissão OSL. Isto indica que esta temperatura reduz ainda mais a presença de poros, melhorando a resposta OSL das pastilhas.

Para obter as curvas de dose-resposta, foram realizadas medidas com variação de tempo de exposição da pastilha à fonte  $\beta$ , entre 5 e 20 min, (1,81 a 7,24 Gy). Com isso podemos determinar se as pastilhas produzidas com o MgB<sub>4</sub>O<sub>7</sub>:Ce,Li possuem resposta linear à dose na faixa estudada de radiação, que é uma característica desejada em dosímetros. Como não foi possível determinar a melhor granulometria para as pastilhas sinterizadas à 900 °C, a curva de dose-resposta foi feita apenas com as pastilhas sinterizadas à 600 °C. O resultado é apresentado na figura [19].



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA



**Figura 19:** Curva dose-resposta das pastilhas sinterizadas com temperatura 600 °C.

Ambas as amostras, com grãos menores 45  $\mu\text{m}$  e entre 45 e 75  $\mu\text{m}$ , mostraram curva dose-resposta linear. Este resultado demonstra que o MgB<sub>4</sub>O<sub>7</sub>:Ce,Li apresenta resposta de intensidade OSL diretamente proporcional ao tempo de exposição, que é uma característica de interesse para uso em dosimetria.

## 5. CONCLUSÕES

A rota adotada para produção dos cristais de MgB<sub>4</sub>O<sub>7</sub>:Ce,Li apresentou fases referentes ao tetraborato de magnésio, porém também teve fases referentes ao ácido bórico, a adoção de um reagente de ácido bórico de maior pureza pode resolver este problema.

O uso do reagente carbonato de cério não alterou a posição dos picos de difração de raios X, isso indica que há possibilidade de troca do reagente óxido de cério, que é mais caro, pelo carbonato de cério, barateando a produção do dosímetro. Ainda são necessárias análises de emissão OSL para comprovar que não houve alteração da característica.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

As curvas de emissão OSL mostram que as pastilhas com grãos menores possuem melhor sinal de emissão. Em relação a temperatura de sinterização, a que apresentou melhor resultado foi a de 900 °C, na qual houve maior diminuição dos poros nas pastilhas. Porém, a melhoria do sinal de emissão OSL tem maior dependência com a granulometria. Os grãos menores que 45 µm tiveram aumento de 19% de emissão OSL em relação aos grãos maiores, já em relação aos grãos sinterizados à 900 °C tiveram aumento de 15% de emissão OSL em relação aos grãos sinterizados à 600 °C.

Ao variar o tempo de irradiação das pastilhas, mostrou-se que há uma linearidade entre a intensidade da emissão OSL e a dose absorvida. As pastilhas com grãos menores apresentaram sensibilidade 34% maior que as pastilhas com grãos maiores.

## **6. PERSPECTIVAS DE FUTUROS TRABALHOS**

Ainda há necessidade de explorar as diferenças de emissão OSL com o uso do reagente carbonato de cério, no lugar do óxido de cério.

É importante a irradiação das pastilhas com fontes de radiação gama e nêutrons, com variações de taxa de dose, a fim de determinar qual a sensibilidade destes cristais de  $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce}_{0,5\%}\text{,Li}_{0,5\%}$  para cada tipo de radiação, e qual intervalo de dose em que sua emissão OSL é linear

É necessário investigar qual temperatura de sinterização é a mais adequada para produção de pastilhas, tendo em vista que houve melhora na emissão OSL quando foi usada uma temperatura mais elevada, entretanto nesta temperatura houve problemas com as pastilhas (algumas delas grudaram no suporte, sendo então, inutilizadas).

Ainda é necessário obter espectros de difração de raios X (DRX) das amostras dissolvidas em solventes (etapa imprescindível para formação dos filmes), a fim de determinar o solvente que menos compromete a estrutura cristalina.

## **7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

BATISTA, T. S. A.; SANTOS-FILHO, J. B. Calcita, Hidroxiapatita e  $\beta$ -Fosfato Tricálcio como absorvedores do ultravioleta. Aracaju: EDIFS, 2016.

BLEICHER, L.; SASAKI, J. M. Introdução à Difração de Raios-X em Cristais. Ceará: 2000.





**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

OKUNO, E.; YOSHIMURA, E. M. Física das radiações. São Paulo: Oficina de Textos, 296 p. 2010.

PEACHARSKY, V. K. & ZAVALIJ, P. Y., Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials. 2nd ed. New York: Springer, 2009.

SANTOS, C. C.; Desenvolvimento de Filmes Poliméricos Com  $MgB_4O_7:Ce, Li$  Para Aplicações Dosimétricas, 2018. Dissertação (Mestrado) Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão (2018).

SOUZA, L. F.; Produção e caracterização de compostos à base de  $MgB_4O_7$  para aplicação em dosimetria, 2016. Dissertação (Doutorado) Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão (2016).

SOUZA, L.F.; SILVA, A.M.B.; ANTONIO, P.L.; CALDAS, L.V.E.; SOUZA, S.O.; D'ERRICO, F.; SOUZA, D.N. Dosimetric properties of  $MgB_4O_7:Dy, Li$  and  $MgB_4O_7:Ce, Li$  for optically stimulated luminescence applications. Radiat. Meas., v. 106, p. 196-199, 2017 (a).

SOUZA, S. O.; D'ERRICO, F.; AZIMI, B.; BALDASSARE, A.; ALVES, A.V.S.; VALENÇA, J.V.B.; BARROS, V.S.M.; CASCONI, M.G.; LAZZERI, L. OSL films for in-vivo entrance dose measurements. Radiat. Meas., v. 106, p. 643-648, 2017 (b).

YUKIHARA, G. E.; McKEEVER, S. W. S. Optically Stimulated Luminescence: Fundamentals and applications. John Wiley & Sons Ltd, 2011.

## **8. OUTRAS ATIVIDADES**

- Participação do projeto de extensão: “XXIII Encontro Sergipano de Física” em 2018, promovido pelo Departamento de Física (DFI);
- Participação do projeto de extensão: “10º Encontro de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação - EIDTI”, durante o 28º EIC (Encontro de Iniciação Científica), promovido pela UFS em 2018;
- Monitoria do projeto de extensão: “XXIII Encontro Sergipano de Física” em 2018, promovido pelo Departamento de Física (DFI);



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

- Monitoria do projeto de extensão: “1º Mostra de Astrofísica - MAPHYS”, promovida pela empresa *Physics Solutions Jr.*, em 2018;
- Participação no projeto de avaliação de biota vegetal para dosimetria ambiental – preparação de lâminas para contagem de micronúcleos.
- Cursando as seguintes disciplinas em 2018.2:
  - ✓ Instrumentação Científica para Física Médica (60 h);
  - ✓ Proteção Radiológica (60 h);
  - ✓ Estrutura da Matéria 1 (60 h);
  - ✓ Laboratório de Estrutura da Matéria 1 (60 h);
  - ✓ Estágio Supervisionado em Física Médica 1 (30 h);
  - ✓ Estágio Supervisionado em Física Médica 2 (30 h).
- Cursando as seguintes disciplinas em 2019.1:
  - ✓ Estrutura da Matéria 2 (60h);
  - ✓ Laboratório de Estrutura da Matéria 2 (60h);
  - ✓ Bases Físicas do Radiodiagnóstico (60h);
  - ✓ Bases Físicas da Radioterapia (60h);
  - ✓ Bases Físicas da Medicina Nuclear (60h);
- Participação do evento: “Encontro de Outono da Sociedade Brasileira de Física – EOSBF” em 2019, promovido pela Sociedade Brasileira de Física (SBF);
- Participação do minicurso: “Workshop de Impressão 3D” em 2019, promovido pelo Departamento de Física (DFI);
- Estágio em Laboratório de Biologia em 2019;
- Monitoria e participação do evento: “Semana Integradora de Física – SIF” em 2019, promovido pelo Departamento de Física (DFI).